

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
MINISTÈRE  
DU DÉVELOPPEMENT INDUSTRIEL  
ET SCIENTIFIQUE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE



①1 1 605 363

# BREVET D'INVENTION

- ②1 N° du procès verbal de dépôt ..... 625.940 - Paris.  
②2 Date de dépôt ..... 25 mars 1952, à 14 h 17 mn.  
Date de l'arrêté de délivrance ..... 20 janvier 1975.  
④6 Date de publication de l'abrégé descriptif au  
*Bulletin Officiel de la Propriété Industrielle*. 28 février 1975 (n. 9).  
⑤1 Classification internationale ..... B 01 D 53/00; C 01 B.

- ⑤4 Charbon active pour l'épuration des atmosphères toxiques et procédé pour la préparation de ce  
charbon activé.

- ⑦2 Invention de : Roger Renaud et Remy Thomas.

- ⑦1 Déposant : ETAT FRANÇAIS, représenté par le Ministère de la Défense Nationale (Direction  
Centrale des Poudres), résidant en France.

Mandataire : A. Charmeil, 21, rue La Pérouse, 75016 Paris.

- ③0 Priorité conventionnelle :

③2 ③3 ③1

La présente invention concerne les charbons activés et en particulier les charbons polyvalents utilisables notamment dans les masques individuels et les filtres d'abris collectifs.

Elle a pour but la réalisation de charbons extrêmement actifs  
5 vis-à-vis de l'acide cyanhydrique.

Pour lutter contre l'acide cyanhydrique on a déjà proposé d'imprégner les charbons utilisés dans les masques habituels ou les filtres collectifs par exemple avec des sels de cuivre tels que le sulfate de cuivre ou le carbonate de cuivre, avec ou sans ammoniac

10 Les inventeurs ont reconnu que l'on obtenait des résultats bien meilleurs lorsque on arrivait à fixer l'ion cuivre sur le charbon totalement à l'état d'oxyde cuivrique.

La présente invention consiste, en conséquence, dans des charbons imprégnés d'oxyde cuivrique.

15 Elle consiste également en un procédé spécial de préparation de ces charbons dans lequel les dits charbons sont tout d'abord imprégnés à froid par du nitrate de cuivre ammoniacal, puis soumis à un traitement thermique pour transformer la totalité du nitrate en oxyde cuivrique actif, ce traitement comportant de préférence un séchage à 100° suivi d'un  
20 chauffage atteignant une température d'environ 180° pour réaliser la décomposition du nitrate.

Il convient de noter que si l'on se bornait à faire agir le nitrate de cuivre seul, en solution aqueuse, de même que le sulfate ou le carbonate, les résultats ne seraient pas pleinement satisfaisants.

25 Les résultats optima ne peuvent être assurés que si le nitrate de cuivre intervient, conformément à l'invention, sous forme de solution aqueuse ammoniacale, celle-ci étant réalisée par exemple en dissolvant le nitrate dans de l'eau, en précipitant l'oxyde par de l'ammoniac, et en le redissolvant dans un excès calculé de ce dernier réactif.

Lors du traitement thermique consécutif à l'imprégnation, dont les modalités sont indiquées plus loin, il se forme extemporanément du nitrate d'ammonium.

5 En se dissociant sous l'action de la température, ce dernier crée une phase oxydante qui fait passer le cuivre à l'état d'oxyde cuivrique en dépit de la présence du support-charbon très réducteur. Or, seul, le nitrate de cuivre ammoniacal permet d'atteindre ce résultat, à l'encontre du sulfate ou du carbonate de cuivre préconisés précédemment, que ces derniers réactifs soient employés ou non en milieu ammoniacal.

10 Voici, à titre non limitatif, un exemple d'application du procédé faisant l'objet de la présente invention :

1°) on imprègne à froid le charbon avec une solution aqueuse ammoniacale de nitrate de cuivre, par pulvérisation, le charbon étant maintenu en état de turbulence.

15 Par exemple, 92 g de nitrate de cuivre technique cristallisé à  $6 \text{ H}_2\text{O}$ , sont dissous dans 60 centimètres cubes en chauffant à  $70-80^\circ$  avec agitation. On refroidit, puis on ajoute lentement en agitant une solution aqueuse ammoniacale à  $22^\circ$  Baumé ; il faut environ 700 centimètres cubes de cette solution pour obtenir la redissolution totale de l'oxyde de cuivre précipité. Cette quantité suffit pour imprégner 1 kg de charbon devant renfermer  
20 2 % de cuivre.

2°) on soumet ensuite le charbon à un traitement thermique pour transformer la totalité du nitrate en oxyde cuivrique actif.

Ce traitement s'opère en deux temps :

25 a) on chauffe à  $100^\circ$  pour éliminer l'eau et la majeure partie de l'ammoniacal,

b) puis on élève progressivement la température jusqu'à  $180^\circ$  pour réaliser la décomposition du nitrate, en veillant à ce que le charbon ne s'enflamme pas au contact de l'air. A l'échelle industrielle, on peut opérer en  
30 trommel par contact direct du charbon avec des gaz de combustion, en réglant à la demande la proportion d'air.

On pourra apporter, bien entendu, de nombreuses modifications au procédé décrit sans sortir du domaine de l'invention. En particulier le mode d'imprégnation utilisé étant sans restriction compatible avec d'autres traitements tels que les imprégnations au nitrate d'argent, au sulfo-cyanure d'ammonium ou à la pyridine, qui tendent à améliorer l'efficacité du charbon vis-à-vis d'autres produits que l'acide cyanhydrique, on pourra réaliser facilement des charbons très actifs, non seulement vis-à-vis de l'acide cyanhydrique, mais vis-à-vis d'autres produits toxiques.

#### R-E-S-U-M-E

- 1°) Charbon actif pour l'épuration des atmosphères toxiques, utilisable en particulier vis-à-vis de l'acide cyanhydrique, caractérisé par le fait qu'il est imprégné d'oxyde cuivrique ;
- 2°) Procédé de préparation de ce charbon actif consistant à imprégner à froid ce charbon avec une solution aqueuse ammoniacale de sulfate de cuivre et à soumettre après préséchage le produit imprégné à une température de l'ordre de 180° pour transformer, en totalité, le sel de cuivre en oxyde cuivrique particulièrement réactif à l'acide cyanhydrique ;
- 3°) Procédé de préparation de la solution ammoniacale servant à l'imprégnation à froid du charbon, consistant à dissoudre le nitrate de cuivre dans de l'eau, à précipiter l'oxyde par de l'ammoniaque et à le redissoudre dans un excès calculé de ce dernier réactif.

